

(54) MAGNETIC RECORDING MEDIUM

(11) 60-22731 (A) (43) 5.2.1985 (19) JP

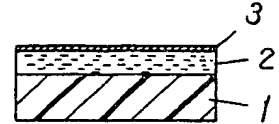
(21) Appl. No. 58-131244 (22) 18.7.1983

(71) MATSUSHITA DENKI SANGYO K.K. (72) TOORU OCHI(1)

(51) Int. Cl. G11B5/66, G11B5/70

PURPOSE: To obtain a magnetic recording medium which has an excellent electromagnetic conversion characteristic over a wide frequency range and is suitable for use in a metal position by forming a thin ferromagnetic metallic film layer on the magnetic coating layer formed by dispersing pulverous magnetic powder in a binder and coating such powder in a non-magnetic base and regulating the coercive force, residual magnetic flux density and thickness of the respective layers in a prescribed range.

CONSTITUTION: A thin ferromagnetic metallic film layer is formed on a magnetic coating layer and the coercive force of the magnetic coating layer is made 1,000~1,200 oersted (Oe), the residual magnetic flux density 2,500~3,500 gauss and the thickness 2~8 μ m. On the other hand the coercive force of the thin ferromagnetic metallic film layer is made 700~1,500 oersted (Oe), the residual magnetic flux density 8,000~12,000 gauss and the thickness 50~4,000 Å. The magnetic ink formed by dispersing fine particulate magnetic powder of Fe into a binder is uniformly coated on, for example, a polyethylene terephthalate film having 9 μ m thickness and after orientation and drying, the coating is finished to a specular surface by which the coating is finished to 4.5 μ m thickness and 0.15 μ m Rz surface roughness.



(54) MAGNETIC RECORDING MEDIUM

(11) 60-22732 (A) (43) 5.2.1985 (19) JP

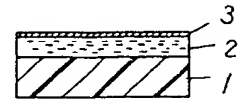
(21) Appl. No. 58-131243 (22) 18.7.1983

(71) MATSUSHITA DENKI SANGYO K.K. (72) TOORU OCHI(1)

(51) Int. Cl. G11B5/70, G11B5/66

PURPOSE: To obtain a magnetic recording medium which has an excellent electromagnetic conversion characteristic over a wide frequency range and is suitable for use in a metal position by forming a thin ferromagnetic metallic film layer on the magnetic coating layer formed by dispersing pulverous magnetic powder in a binder and coating such powder in a non-magnetic base and regulating the coercive force, residual magnetic flux density and thickness of the respective layers in a prescribed range.

CONSTITUTION: A thin ferromagnetic metallic film layer is formed on a magnetic coating layer and the coercive force of the magnetic coating layer is made 250~400 oersted (Oe), the residual magnetic flux density 1,000~1,700 gauss and the thickness 2~8 μ m. On the other hand the coercive force of the thin ferromagnetic metallic film layer is made 300~700 oersted (Oe), the residual magnetic flux density 8,000~12,000 gauss and the thickness 50~4,000 Å. The magnetic ink formed by dispersing fine particulate magnetic powder of Fe into a binder is uniformly coated on, for example, a polyethylene terephthalate film having 9 μ m thickness and after orientation and drying, the coating is finished to a specular surface by which the coating is finished to 4.5 μ m thickness and 0.15 μ m Rz surface roughness.



(54) SUBSTRATE FOR MAGNETIC DISC

(11) 60-22733 (A) (43) 5.2.1985 (19) JP

(21) Appl. No. 58-131197 (22) 19.7.1983

(71) HITACHI KINZOKU K.K. (72) SHIGEO ENDOU(2)

(51) Int. Cl. G11B5/704

PURPOSE: To obtain an excellent floating characteristic and to improve the CSS resisting characteristic which is heretofore a problem particularly with a magnetic disc consisting of γ -Fe₂O₃ by 2~5 times better than in the prior art by using a high-density high-hardness ceramic substrate having $\leq 0.1\%$ void volume, $\geq 1,200$ Hv hardness, $\geq 2.2 \times 10^4$ kg/mm² Young's modulus and $70 \sim 110 \times 10^{-7}/^\circ\text{C}$ coeff. of thermal expansion.

CONSTITUTION: The powder prep'd. by adding, for example, 0.5wt% MgO to Al₂O₃ powder having $\geq 99.5\%$ purity and $\leq 1.0\mu$ m grain size is mixed for 24hr by a wet process and thereafter the mixture is dried and granulated. The granules are molded to the molding of 150mm outside diameter \times 35mm inside diameter \times 2.3mm thickness under 1ton/cm² pressure. The molding is sintered for 1hr under atm. pressure in the atm. air at 1,600°C. The molding is further subjected to HIP under the conditions of 1,500°C, 1hr and 1,000atm and is then subjected to polishing to a specular surface by mechanochemical polishing by which the molding is finished to a shape sized 130mm outside diameter \times 40mm inside diameter \times 2mm thickness. The base plate controlled in temp. to 200°C is subjected to HF magnetron sputtering with oxidation reaction of an Fe target in gaseous Ar+O₂ to form Fe₃O₄, by which the magnetic disc consisting of the continuous thin film medium is obtd.

⑨ 日本国特許庁 (JP)

⑩ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報 (A)

昭60—22733

⑪ Int. Cl.⁴
G 11 B 5/704

識別記号

庁内整理番号
7350—5D

⑬ 公開 昭和60年(1985)2月5日

発明の数 1
審査請求 未請求

(全 5 頁)

⑭ 磁気ディスク基板

熊谷市三ヶ尻5200番地日立金属
株式会社磁性材料研究所内

⑮ 特 願 昭58—131197

⑯ 発 明 者 小池義治

⑰ 出 願 昭58(1983)7月19日

熊谷市三ヶ尻5200番地日立金属
株式会社磁性材料研究所内

⑱ 発 明 者 遠藤重郎

⑰ 出 願 人 日立金属株式会社

熊谷市三ヶ尻5200番地日立金属
株式会社磁性材料研究所内

東京都千代田区丸の内2丁目1
番2号

⑱ 発 明 者 山田宏秀

明 細 書

発明の名称 磁気ディスク基板

特許請求の範囲

1. 空孔率 0.1% 以下、室温と 400℃ 間熱膨張係数 $70 \times 10^{-7}/^{\circ}\text{C}$ 以上 $110 \times 10^{-7}/^{\circ}\text{C}$ 以下、ヤング率 $2.2 \times 10^4 \text{ kg/mm}^2$ 以上、ビッカース硬度 1,200 以上の物性を有する高密度セラミックスを用いたことを特徴とする磁気ディスク基板。

2. 特許請求の範囲第1項において、 Al_2O_3 、 TiO_2 、 TiB_2 、 ZrO_2 の少なくとも1種以上を主成分とすることを特徴とするセラミック磁気ディスク基板。

3. 特許請求の範囲第1項において、 Y_2O_3 6% 以上含有することを特徴とする ZrO_2 系のセラミック磁気ディスク基板。

発明の詳細な説明

本発明は連続剥離媒体高記録密度磁気ディスクにおいて、セラミックスを基板材として特にディスク媒体の耐摩耗性の改良に関するものである。

磁気ディスク記憶装置は大容量、高記録密度化

の傾向にあり、特に高記録密度化のためには、面内磁化記録の場合には磁性媒体の厚さを薄くすることおよび磁気ヘッドと磁性媒体との間隔（以下スペーシングという）を小さくすることが必要となり、基板としては、(イ)表面精度（例えば、粗さ、うねり）の良いこと、(ロ)硬く耐摩耗性に優れていることが要求される。接触始動停止形ディスクの場合には上記(イ)および(ロ)の特性は必須条件となる。また、剥離ディスクのように剥離形成後 400℃ 程度以下の温度で熱処理をする場合もあり、基板はこのような温度でも基板特性が変化しない耐熱処理性も必須条件となる。

高記録密度の目標値としては、例えば媒体厚さ $0.1 \mu\text{m}$ 以下、スペーシング $0.2 \mu\text{m}$ 以下であり、この場合媒体付加前ディスク基板加工仕様としては中心線平均表面粗さ $R_a \leq 0.01 \mu\text{m}$ 、微小うねり $\leq 0.06 \mu\text{m}/4\text{mm}$ 等が最小限要求される。

従来セラミックス材でディスク全面に亘り本要求仕様を満たす高密度、高硬度の均質な基板は得られ難く、面格的にも通常のアルミディスクに比較

し析違いに高価であるため実用化されていない。

最近、JS5086系統の $Al-4wt\%Mg$ 高純度合金の表面を研磨した後、陽極酸化してアルマイト(Al_2O_3)膜としたものが高密度記録用基板として用いられている。この基板で重要な特性はアルマイト膜の厚さ、表面精度、母材の純度、耐熱性等であり、特にディスク媒体の信号エラー、ヘッド浮上性、耐摩耗性(耐CSS特性)等と深い関係を有している。

特にアルマイト膜の厚さは、クラック防止と表面硬度に関係している。アルマイト膜の熱膨張係数は Al 合金の約 $1/4$ と小さいため、媒体例えば $\gamma-Fe_2O_3$ 薄膜の作製工程の熱処理過程でアルマイトにクラックが生じる。

これを避けるためにはアルマイト膜の厚さを極力薄くし、変形能を増すのが有効である。250℃ないし400℃までクラックフリーであるために、アルマイト膜の厚さを $3\mu m$ 以下にされている。しかし、このアルマイト膜の厚さでは基板の表面硬度が不充分であるため、媒体表面に順滑剤を付

与しても2万回以上の接触始動停止(CSS)に耐える媒体強度を安定して得ることが困難であり、信頼性の面から問題を残している。

本発明は上記従来技術の欠点を改良し、特に耐CSS特性において、信頼性の高い高密度記録磁気ディスク用セラミック基板を提供することを目的とする。

中心値平均表面粗さ $Ra \leq 0.01 \mu m$ 、微小うねり $\leq 0.06 \mu m / 4mm$ 等を満すセラミック加工基板をうるためには特に高密度化が重要である。最近セラミック粉末冶金技術の進歩はめざましく、原料については従来の機械的方式に替えて、共沈法、有機金属の水熱合成、共沈法等の化学的方法による超微粉の検討および超急冷法による超微粉の作製が可能となって来ている。焼結プロセスとしては、添加助材を探索することにより、特に液相焼結効果を得るべく検討し、常圧焼結の他ホットプレス(HP)、熱間静水圧プレス(HIP)等の検討も行なった。これらの総合的結果として、 Al_2O_3 、 TiC 、 TiB_2 、 ZrO_2 のうち

1種以上を主成分とする空孔率0.1%以下の高密度セラミック基板を安定に、比較的簡易な方法で得ることが出来た。これを鏡面研磨加工することにより目標とするセラミック基板加工仕様を得、これにスパッタリングにより厚さ $0.1 \sim 0.17 \mu m$ の $\gamma-Fe_2O_3$ 薄膜媒体を形成し、パニシング処理および潤滑剤塗布を行ない、ウィンチエスター型 $Mn-Zn$ 磁気ヘッドにて磁気ヘッド浮上性の確認および耐CSS性テストを行なった。その結果、スベッシングを $0.1 \mu m \sim 0.2 \mu m$ まで減少させても安定に磁気ヘッドは浮上し、耐CSS性においても3万回以上を記録することが出来、 $2 \sim 3 \mu m$ 厚さにアルマイト処理したアルミディスク基板使用 $\gamma-Fe_2O_3$ 薄膜媒体におけるよりも耐摩耗性に優れていることを確認した。

セラミック基板としては上記 Al_2O_3 系の他、 Y_2O_3 含有 ZrO_2 系についても検討し、ディスク全面にわたり、空孔率0.1%以下である高密度材加工基板については、ランクテラーホブソン社製タリサーフ、タリステップ、タリロンド等

の表面精度測定機にて評価した結果、 $Ra \leq 0.01 \mu m$ 、微小うねり $\leq 0.06 \mu m / 4mm$ を達成し、磁気ディスク完成面についても同等の表面精度が得られた。連続研磨媒体においては、基板精度が転写されるため媒体表面精度も高く、前述の様に優れた浮上性と耐CSS特性を得ることが出来た。

薄膜媒体として、スパッタリングによる $\gamma-Fe_2O_3$ を用いた場合、空箱から400℃間の熱膨張率は $\gamma-Fe_2O_3$ において、 80×10^{-7} で、 Fe_2O_3 において 100×10^{-7} 程度であり、基板のそれは 70×10^{-7} 以上 110×10^{-7} 以下であることが膜の密着性上望ましく、基板のヤング率も熱処理中薄膜よりうける応力変形に充分耐えるよう $2.2 \times 10^4 kg/mm^2$ 以上が望ましい。

材料は応力、加熱などによる変形の少ないものが望ましく、ピッカース硬度も1,200以上のものが加工面精度の達成および基板表面硬度の確保上望ましい。空孔率0.3%の高密度のものについては目的とする表面精度が得られず、 $3 \mu m$ 以上の欠

陥も多く薄膜媒体用ディスク基板としては不適当であった。実施例1

純度99.5%以上、粒径 $1.0\mu\text{m}$ 以下の Al_2O_3 粉末に MgO 0.5重量%添加した粉末を湿式により24時間混合したのち、乾燥、造粒し、これを $1\text{ton}/\text{cm}^2$ の圧力で外径 150mm ×内径 35mm × 2.3mm 厚さに成形し、この成形体を大気中で 1600°C で1時間常圧焼結をした。さらに 1500°C 、1時間、 1000気圧 の条件でHIPした。しかるのち、ラッピングおよびメカノケミカルポリッシングにより表面研磨加工を施し、外径 130mm ×内径 40mm ×厚さ 2mm の形状に仕上げた。

HIP後の焼結体について組織観察および水置換法により、空孔率を測定した結果試料全体にわたり空孔率0.1%以下であることが確かめられた。

加工基板の表面精度は、中心線平均粗さ $R_a = 0.06\mu\text{m}$ 、最大粗さ $R_{\text{max}} = 0.04\mu\text{m}$ 、微小うねり $0.05\mu\text{m}/4\text{mm}$ 、 45° 間隔、ディスクのほぼ中央部の8測定点につき $3\mu\text{m}$ 以上のポア等の欠陥密度 $0\sim 2\text{ヶ}/\text{mm}^2$ であった。ピッカーズ硬

度 $HV = 1600$ 、熱膨張率 $\alpha = 77 \times 10^{-7}/^\circ\text{C}$ 、ヤング率 $\eta = 3.6 \times 10^4 \text{ kg}/\text{mm}^2$ であった。

空孔0.1%以下の高密度、且つ高硬度 Al_2O_3 材を使用したため、上記の様な高表面精度が得られたものである。

200°C に温度コントロールしたこの基板に対し、Feターゲットの $\text{Ar} + \text{O}_2$ ガス中での酸化反応HFマグネトロンスパッタリングを施し Fe_3O_4 を形成し、これを大気中で $300^\circ\text{C} \times 3\text{Hr}$ 加熱酸化し、膜厚 1700\AA の $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ を得た。これをダイヤモンドにてパニシング処理し有機物系の潤滑膜約 200\AA を形成し、連続薄膜媒体磁気ディスクとした。ディスク完成後の面粗さは $R_a = 0.011\mu\text{m}$ 、 $R_{\text{max}} = 0.1\mu\text{m}$ 、微小うねり $0.06\mu\text{m}/4\text{mm}$ であった。磁気ヘッドの浮上性はスペーシング $0.15\mu\text{m}$ に減少させても安定に浮上することを確認した。耐CSS性においても3万回を確認することができた。

一方、厚さ $3\mu\text{m}$ のアルマイト層を有するアルミディスクについて本質的に同一の加工条件で加

工し、同様の工程で 1700\AA の $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 薄膜を形成、パニシング処理および潤滑膜を形成した磁気ディスクについては、表面精度等はほぼ上記 Al_2O_3 基板に近い値を得、浮上量 $0.2\mu\text{m}$ を確認し得たが、耐CSS寿命は $1\sim 2$ 万回程度であった。空孔率0.1%以下の高密度・高硬度 Al_2O_3 基板を用いた磁気ディスクの方が耐CSS特性に優れていることが確認できた。

実施例2

純度99.5%以上、粒径 $1.0\mu\text{m}$ 以下の Al_2O_3 粉末およびTiC粉末および AlN 、 MgO 粉末を各々68.5重量%、30重量%、1重量%、0.5重量%秤量し、実施例1と同様な方法で成形体を作製した。成形体は 1650°C で1時間常圧焼結し、さらに 1500°C 、1時間、 1000気圧 の条件下でHIPした。これを実施例1と同様な工程で加工し、実施例1と同一形状のディスク基板を得た。空孔率は0.1%以下、 $HV = 1900$ 、 $\alpha = 70 \times 10^{-7}/^\circ\text{C}$ 、 $\eta = 4.0 \times 10^4 \text{ kg}/\text{mm}^2$ であった。

加工基板の表面精度は $R_a = 0.004\mu\text{m}$ 、 R_{max}

$= 0.03\mu\text{m}$ 、微小うねり $0.04\mu\text{m}/\text{mm}$ 、 $3\mu\text{m}$ 以上のポア等欠陥密度は $0\sim 1\text{ヶ}/\text{mm}^2$ であった。

実施例1と同様な方法で、 $R_a = 0.005\mu\text{m}$ 、 $R_{\text{max}} = 0.05$ 、微小うねり $0.05\mu\text{m}/4\text{mm}$ の磁気ディスクを完成した。同様に浮上性、CSSテストを行ない、スペーシング $0.13\mu\text{m}$ 、耐CSS性5万回を確認し得た。

本 $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{TiC}$ 材はTiC含有量20%ないし40%では切削性に優れており、極めて優れた加工基板表面精度を得ることができ、この精度が完成磁気ディスクの面精度に転写されていることを確認した。

尚、本薄膜磁気ディスクについて、同様に $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{TiC}$ を基板とした、いわゆる薄膜磁気ヘッドにてCSSテストを行なった結果、アルマイト処理アルミニウム基板 $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 薄膜磁気ディスクにおけるよりも耐CSS特性に優れており、2万回以上のCSS寿命を確認した。

実施例3

純度99.5%以上、粒径 $1\mu\text{m}$ 以下の Al_2O_3 、 TiC 、 TiB_2 、 ZrO_2 を各70、14、14、2重量%秤量し、これを原料とし、実施例1と同様な方法で作製し、次のHIP焼結体を得た。空孔率0.1%以下、 $\text{Hv} = 2100$ 、 $\alpha = 72 \times 10^{-7}/^\circ\text{C}$ 、 $\eta = 3.9 \times 10^{-4} \text{ kg/mm}^2$ 。

実施例1と同様な方法で加工評価した基板の表面精度は $R_a = 0.004\mu\text{m}$ 、 $R_{\text{max}} = 0.03\mu\text{m}$ 、微小うねり $0.04\mu\text{m}/4\text{mm}$ 、 $3\mu\text{m}$ 以上のボア等欠陥密度は $0 \sim 1\text{ヶ/mm}^2$ であった。実施例1と同様な方法で同一形状のディスクを完成、同様な方法でテストし、 $0.15\mu\text{m}$ の浮上量、8万回以上の耐CSS性を確認した。

実施例4

純度99.5%以上、粒径 $1.0\mu\text{m}$ 以下の Al_2O_3 、 ZrO_2 、 Y_2O_3 を各々67、30、3重量%で混合し原料とした。実施例1と同様な方法で成形体を作製した。成形体を 1400°C で1時間、 300kg/cm^2 のプレス圧を加圧、減圧下でホットプレスした。ホットプレス焼結材の特性は、空孔率0.1%

以下、 $\text{Hv} = 1500$ 、 $\alpha = 82 \times 10^{-7}/^\circ\text{C}$ 、 $\eta = 3.7 \times 10^{-4} \text{ kg/mm}^2$ であった。

実施例1と同様な方法で加工評価した基板の表面精度は $R_a = 0.004\mu\text{m}$ 、 $R_{\text{max}} = 0.02\mu\text{m}$ 、微小うねり $0.04\mu\text{m}/4\text{mm}$ 、 $3\mu\text{m}$ 以上の欠陥密度は $0 \sim 1\text{ヶ/mm}^2$ であった。

実施例1と同様な方法で同一形状の磁気ディスクを完成、同様な方法で評価した結果、浮上量 $0.13\mu\text{m}$ 、5万回以上の耐CSS性を確認した。実施例5

純度99.5%以上、粒径 $1.0\mu\text{m}$ 以下の ZrO_2 および Y_2O_3 を各々82、18重量%組成の原料を用い、実施例1と同様な方法で作製し、次の特性のHIP焼結体を得た。空孔率0.1%以下、 $\text{Hv} = 1250$ 、 $\alpha = 97 \times 10^{-7}/^\circ\text{C}$ 、 $\eta = 2.3 \times 10^{-4} \text{ kg/mm}^2$ 。

実施例1と同様な方法で加工評価した基板の表面精度は $R_a = 0.003\mu\text{m}$ 、 $R_{\text{max}} = 0.02\mu\text{m}$ 、微小うねり $0.03\mu\text{m}/4\text{mm}$ 、 $3\mu\text{m}$ 以上の欠陥密度は $0 \sim 1\text{ヶ/mm}^2$ であった。

実施例1と同様な方法で同一形状の磁気ディスク

クを完成、同様な方法で評価した結果、浮上量 $0.13\mu\text{m}$ 、SSC 7万回以上を確認することが出来た。

Y_2O_3 組成4ないし12重量%組成の ZrO_2 ・ Y_2O_3 基板材については、組織が立方晶と単斜晶の2相から成り、且つ 500°C に立方晶の変態点を有するため、硬度の不均一と熱処理工程における不安定性から加工基板面およびディスク表面精度では、 Y_2O_3 含有重量18%以上のものより劣っていた。又、 Y_2O_3 含有量が少ない程、焼結冷却時クラックが入り、ディスク基板材としては不適であった。

従って、 ZrO_2 ・ Y_2O_3 系ディスク基板材としては Y_2O_3 が18重量%以上含むものが最適であり、空孔率0.1%以下の高密度材を基板として用いた $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 薄膜磁気ディスクは従来にはない浮上特性と耐CSS性を示すことが明らかとなった。

本発明により、空孔率0.1%以下、且つ $\text{Hv}1200$ 以上の硬度とヤング率 $2.2 \times 10^4 \text{ kg/mm}^2$ 以上、

熱膨張係数 $70 \sim 110 \times 10^{-7}/^\circ\text{C}$ の高密度・高硬度セラミック基板を用いることにより、優れた浮上性が得られ特に $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 薄膜媒体磁気ディスクの問題点であった耐CSS特性が従来の2~5倍に改良され、 $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 薄膜媒体による高記録密度磁気ディスクの実用化見通しが得られた。

本セラミック基板は5インチ以下の比較的小型のディスクにおいては原材料費が少ないので、比較的可利となり、また、HIP等の適用により生産性の面から小型ディスクは有利であり、将来小型高記録密度ディスクへの応用も期待出来る。

出願人 日立金属株式会社



手続補正書

昭和58年10月13日

特許庁審査官殿

事件の表示

昭和58年 特許願 第131197号

発明の名称 磁気ディスク基板

補正をする者

事件との関係 特許出願人

住所 東京都千代田区丸ノ内二丁目1番2号

名称 (508) 日立金属株式会社

電話 東京03-284-4642

代表者 河野典夫



補正の対象

明細書の「発明の詳細な説明」の欄。

補正の内容

別紙の通り。

1. 明細書の「発明の詳細な説明」の欄の記載を下記の通り訂正する。

記

- (1) 明細書第3頁末行の「順滑剤」を「潤滑剤」に訂正する。
- (2) 同書第4頁第14行の「共沈法」を削除する。
- (3) 同書第7頁第17行の「0.06 μm」を「0.006 μm」に訂正する。
- (4) 同書第8頁第14行の「0.1 μm」を「0.06 μm」に訂正する。
- (5) 同書第10頁第14行から第19行を削除する。

以上

